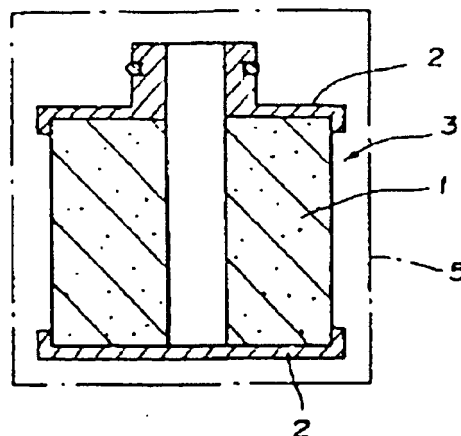


**WET-STERILIZED PRECISION FILTER ELEMENT AND ITS PRESERVING METHOD****Publication number:** JP2191533**Publication date:** 1990-07-27**Inventor:** WATANABE MASA HARU**Applicant:** KITZ CORP**Classification:****- international:** B01D41/04; B01D41/00; (IPC1-7): B01D65/02**- european:** B01D41/04**Application number:** JP19890007849 19890118**Priority number(s):** JP19890007849 19890118**Abstract of JP2191533**

**PURPOSE:** To practically eliminate the outflow of impurities when a filter cartridge is initially set and to enhance safety by previously finishing hydrophilicity impartation to reduce the startup time after a filter element is set and previously finishing cleaning. **CONSTITUTION:** A microphorous thin film 1 having 0.01-5.0 $\mu$ m maximum pore diameter is wetted with an org. solvent compatible with water in the filter element 3 consisting of the thin film 1 and a support 2. The thin film is further cleaned by pure water having  $\geq 0.1$  M $\Omega$ cm resistivity or the refined water as injection distilled water, and sterilized as wetted. The element 3 is hermetically sealed by a film of plastics, rubber, etc., or a formed article 5 to keep its wetted and sterilized state. As a result, a user is hardly troubled even when a fresh element is set, the element can be used after a short startup time, and the outflow of an additive, etc., is eliminated, and safety is enhanced.

Data supplied from the **esp@cenet** database - Worldwide

## ⑫ 公開特許公報(A) 平2-191533

⑤ Int. Cl.<sup>3</sup>  
B 01 D 65/02識別記号  
5 0 0庁内整理番号  
8014-4D

⑬ 公開 平成2年(1990)7月27日

審査請求 未請求 請求項の数 12 (全6頁)

⑭ 発明の名称 湿式滅菌済精密フィルターエレメントとその保存方法

⑯ 特 願 平1-7849

⑰ 出 願 平1(1989)1月18日

⑱ 発 明 者 渡 辺 正 春 東京都港区南青山3丁目17番9号 株式会社北沢バルブ内  
⑲ 出 願 人 株式会社北沢バルブ 東京都港区南青山3丁目17番9号  
⑳ 代 理 人 弁理士 小林 哲男

## 明 細 書

## 1. 発明の名称

湿式滅菌済精密フィルターエレメント  
とその保存方法

## 2. 特許請求の範囲

(1) 少なくとも微細多孔性薄膜と支持体よりなるフィルターエレメントであって、水と相溶性のある有機溶剤によって前記微細多孔性薄膜を湿润させると共に、精製水により洗浄して湿润状態のまま滅菌し、かつ、湿润滅菌状態を維持する為にこのフィルターエレメントを密封保持したことを特徴とする湿式滅菌済精密フィルターエレメント。

(2) 精製水は、比抵抗0.1 MΩ / cm以上純水または注射用蒸留水である請求項1記載の湿式滅菌済精密フィルターエレメント。

(3) 密封保持手段は、プラスチック、ゴム、金属等のフィルムや成形品によりフィルターエレメントを包装するようにした請求項1又は2記載の湿式滅菌済精密フィルターエレメント。

(4) 滅菌手段は高圧蒸気滅菌または放射線滅菌等の外部よりのエネルギーによる手段である請求項1乃至3記載の湿式滅菌済精密フィルターエレメント。

(5) 微細多孔性薄膜の最大孔径が0.01~5.0 μmである請求項1乃至4記載の湿式滅菌済精密フィルターエレメント。

(6) 微細多孔性薄膜の材質が、弗素樹脂、ポリプロピレン、ポリサルフォン、ポリカーボネート、ポリエーテルサルフォン、ポリアミド等の合成樹脂である請求項1乃至5記載の湿式滅菌済精密フィルターエレメント。

(7) 微細多孔性薄膜の形態が、平板状膜ないし中空糸状膜である請求項1乃至6記載の湿式滅菌済精密フィルターエレメント。

(8) 微細多孔性薄膜を湿润させるための有機溶剤が、水と相溶性の高いメチルアルコール、エチルアルコール、イソプロピルアルコール等の1価の低級アルコール類またはアセトン、メチルエチルケトン等の低級ケトン類である請求項1乃至7

記載の湿式滅菌済精密フィルターエレメント。

(9) 少なくとも微細多孔性薄膜と支持体よりなる滅菌済精密フィルターエレメントの保存方法であって、水と相溶性のある有機溶剤によって微細多孔性薄膜を湿潤させた後、精製水により洗浄して湿潤状態のまま滅菌し、更に、フィルターエレメントを密封保持して湿潤滅菌状態を維持するようにしたことを特徴とする湿式滅菌済精密フィルターエレメントの保存方法。

(10) 精製水は、比抵抗0.1MΩ/cm以上の純水または注射用蒸留水である請求項9記載の湿式滅菌済精密フィルターエレメントの保存方法。

(11) 密封保持手段は、プラスチック、ゴム、金属等のフィルムや成形品によりフィルターエレメントを包装するようにした請求項9又は10記載の湿式滅菌済精密フィルターエレメントの保存方法。

(12) 滅菌手段は高圧蒸気滅菌または放射線滅菌等の外部よりのエネルギーによる手段である請求項9乃至11記載の湿式滅菌済精密フィルターエ

レメントの保存方法。

### 3. 発明の詳細な説明

#### 発明の目的

(産業上の利用分野)

本発明は、半導体工業、製薬工業、食品工業等における微生物、微粒子の除去をはかるための湿式滅菌済精密フィルターエレメントとその保存方法に関するものである。

(従来の技術)

従来、最大孔径0.01~5μmの微細多孔性薄膜を用いた、いわゆる精密フィルターにおいては、当該微細多孔性薄膜の材質として、再生セルローズ、酢酸セルローズ、硝酸セルローズ等の天然高分子ないしはその誘導体が主流であったが、フィルターエレメント内部に捕捉された微生物の繁殖によって生成される不純物が問題となり、フィルターエレメントをインラインのまま蒸気滅菌する手法が行なわれ始めている。

しかし、従来のセルローズ系の素材よりなる微細多孔性薄膜は耐熱性に問題があり蒸気滅菌に適

さない場合が多いため、近年では、ポリプロピレン、ポリサルフォン、ポリエーテルサルフォン、ポリアミド、ポリカーボネート等の耐熱性エンジニアリングプラスチックを素材とする微細多孔性薄膜が開発され、更に、ポリビニリデンフロライド(PVDF)、ポリテトラフルオロエチレン(PTFE)等の耐熱性に加え耐薬品性の高い弗素樹脂を素材とした高機能微細多孔性薄膜も用いられるようになった。

ところが、これら合成高分子の多くは水との親和性に乏しいため、水を濾過する場合には、微細多孔性薄膜の製膜時または製膜後に水との親和性を付与し微細多孔性薄膜に透水性を付与する必要がある。界面活性剤、低分子親水性ポリマーの添加またはプラズマ放電などの手法によって表面の改質を行なうことが必要不可欠で、これらの手法によって表面を改質しない限り使用不能である。(発明が解決しようとする課題)

水との親和性の低い上記した多くの合成高分子系素材よりなる微細多孔性薄膜を利用したフィル

ターエレメントでは、特に高純度の水又は酸やアルカリ等の水溶液を濾過する場合、微細多孔性薄膜の表面に付与された界面活性剤や低分子親水性ポリマーが不純物として初期状態で流出してくる為、新しいフィルターエレメントを設置した場合には、ユーザー自身がある程度の対象流体でフィルターエレメントを洗浄することを余儀なくされていた。

特に、ポリテトラフルオロエチレン(PTFE)を素材とした場合には、有効な親水化処理方法もなく、ユーザー自身が一々、水と相溶性のある有機溶剤を用いて微細多孔性薄膜を湿潤させた後、水洗いし、更に対象流体にて洗浄を行なうことによってのみ親水性処理がなされており、かなり困難で、面倒な作業をユーザーに負担させていた。

また、一部においては、微細多孔性薄膜を何らかの手段によって親水化したのち、湿潤状態にて準備してあるフィルターエレメントも知られているが、経時的に微生物による汚染があった場合には不純物、異物の増加となるので、これを防止す

るため、次亜塩素酸ソーダ、過酸化水素水溶液、ホルマリン等の殺菌剤を混入してあり、使用に際しこれら殺菌剤が流出するため、親水化処理剤を添加した上記従前のものと大同小異であった。

本発明は、新しいフィルターエレメントを装置する場合でも、極力ユーザー自身の手を煩わすことなく、極めて短い立上りにおいて使用可能で、かつ添加剤等の流出がなく安全性の高い湿式滅菌済精密フィルターエレメント及びその保存方法を提供することを目的とする。

#### 発明の構成

(課題を解決するための手段)

本発明は、上記の目的を達成するため、次のように構成した。

すなわち、少なくとも微細多孔性薄膜と支持体よりなるフィルターエレメントであって、水と相溶性のある有機溶剤によって前記微細多孔性薄膜を湿润させると共に、精製水により洗浄して湿润状態のまま滅菌し、かつ、湿润滅菌状態を維持する為にこのフィルターエレメントを密封保持する

アルコールが特に好ましい。

また、他の発明は、微細多孔性薄膜と支持体よりなる滅菌済精密フィルターエレメントの保存方法であって、水と相溶性のある有機溶剤によって微細多孔性薄膜を湿润させた後、精製水により洗浄して湿润状態のまま滅菌し、更に、フィルターエレメントを密封保持して湿润滅菌状態を維持するように構成した湿式滅菌済精密フィルターエレメントの保存方法である。ここで、精製水とは、比抵抗 $0.1\text{ M}\Omega/\text{cm}$ 以上好ましくは $1\text{ M}\Omega/\text{cm}$ 以上の純水または注射用蒸留水をいう。なお、実質的に滅菌後無菌状態のままで包装するのは困難であるから、包装後に滅菌するのが好ましい。

(作 用)

本発明では、予め水と相溶性のある有機溶剤によって微細多孔性薄膜を湿润させた後、比抵抗 $0.1\text{ M}\Omega/\text{cm}$ 以上好ましくは比抵抗 $1\text{ M}\Omega/\text{cm}$ 以上の純水により洗浄することとしたので、既に親水化され即使用可能な状態のフィルターエレメントを製造できる。

構成を採用した。

精製水は、比抵抗 $0.1\text{ M}\Omega/\text{cm}$ 以上好ましくは $1\text{ M}\Omega/\text{cm}$ 以上の純水または注射用蒸留水を用いる。また、密封保持手段は、プラスチック、ゴム、金属等のフィルムや成形品によりフィルターエレメントを包装するのが好ましい。

更に、滅菌手段は高圧蒸気滅菌または放射線滅菌等の充填精製水の水質を変化させない外部よりのエネルギーによる手段を適宜選択する。

微細多孔性薄膜の最大孔径は $0.01\sim 5.0\mu$ であり、その材質は、弗素樹脂、ポリプロピレン、ポリサルフォン、ポリカーボネート、ポリエーテルサルフォン、ポリアミド等の合成樹脂を適宜に選択する。微細多孔性薄膜の形態は、平板状膜ないし中空糸状膜であり、微細多孔性薄膜を湿润させるための有機溶剤は、水と相溶性の高いメチルアルコール、エチルアルコール、イソプロピルアルコール等の1価の低級アルコール類またはアセトン、メチルエチルケトン等の低級ケトン類が便宜であるが、膜の変質防止、安全衛生面ではエチル

また、薬剤を用いない高圧蒸気滅菌またはガンマ線照射滅菌等の物理的な手段により湿润状態のまま滅菌し湿润無菌状態を保持するための包装を施しているので、本発明のフィルターエレメントの使用に際しては、滅菌薬剤、殺菌剤が流出せず、しかも経時的な微生物による汚染も生じない。

更に、フィルターエレメントにガンマ線照射を行なった場合、乾燥状態では合成樹脂に発生したラジカルにより経時的に材質の変化が生じる場合もあるが、湿润状態では発生したラジカルが水と反応して中和されるため、ガンマ線照射滅菌を行なっても経時的な材質の劣化の心配が少ない。

なお、本発明方法における湿润、洗浄、滅菌等は、フィルターエレメントの製造工程において、ピンホール検査工程に引続いた工程で行なうことができるので、通常の乾燥工程の代りに滅菌工程を行なう程度の工程改変しか要しない。

(実施例)

以下に、本発明における湿式滅菌済精密フィルターエレメントとその保存方法の一実施例を挙げ

て本発明を更に詳述する。

細孔径 $0.2\mu$  (IPAバブルポイント $1.04\text{kg/cm}^2$ )、外径 $80\text{mm}$ 、内径 $20\sim 30\text{mm}$ のドーナツ状のPTFE (ポリテトラフルオロエチレン) 膜 (微細多孔性薄膜) 1を、PFA製の膜支持体2の両面に熱溶着したものをユニットとして、これを80ユニット積層したものをエレメントとして、フィルターエレメント3に成形した。

本発明のフィルターエレメントの湿式滅菌方法を実施するにあたり、まず、上記成形したエレメント全体をエチルアルコール) に浸漬後、静かに上下に3~4回揺動し、脱泡した。

ここでは、作業者の安全、衛生を考慮してアルコール類 (メチルアルコール、エチルアルコール、イソプロピルアルコール等の1価の低級アルコール類) のIPAに浸漬しているが、他の有機溶剤に浸漬してもよく、例えば、同じく通常の微細多孔性薄膜を用いたフィルターエレメント3のピンホール検査において用いられるバブルポイント試験 (ASETMF316-70) 工程に用いる試験液である、

効である。

次に、上記実施例の作用について説明する。

予め水と相溶性のあるイソプロピルアルコールに、PTFE膜1とPFAの膜支持体2とをユニット化して積層したエレメント3全体を湿潤、脱泡させた後、比抵抗 $1\text{M}\Omega/\text{cm}$ の純水と、比抵抗 $18\Omega/\text{cm}$ の超純水で2度洗浄しているので、既に親水化され即使用可能な状態のフィルターエレメント3を製造できる。

また、薬剤を用いない高圧蒸気滅菌で湿式にて滅菌し湿潤滅菌状態を保持するための包装5を施しているため、本実施例のフィルターエレメントの使用に際しては、滅菌薬剤、殺菌剤が流出せず、しかも経時的な微生物による汚染も生じない。

なお、本実施例方法における湿潤、洗浄、滅菌等は、フィルターエレメントの製造工程において、ピンホール検査工程に引続いた工程で行なうことができるので、通常の乾燥工程の代りに滅菌工程を行なう程度の工程改変しか要しない。

以上の製造方法による処理を経て、本実施例の

水と親和性の高いアセトン、メチルエチルケトン等の低級ケトン類を使用しても差し支えない。

次に、通常の乾燥工程を経ることなしに湿潤状態のまま、専用のPFAハウジング4に組込み、比抵抗 $1\text{M}\Omega/\text{cm}$ の高純度の純水を用い、流量 $500\text{ml}/\text{分}$ で約20分間エレメント3を洗浄した。

更に、比抵抗 $18\text{M}\Omega/\text{cm}$ の超純水を用い、流量 $1\text{ml}/\text{分}$ で10分間エレメント3を洗浄した。

その後、このエレメント3をハウジング4より取出し、該エレメント3が湿潤状態のまま保持されるよう厚み $80\mu$ のポリアミドフィルム及び厚み $60\mu$ のポリプロピレンフィルムよりなる包装袋5 (第1図A、B参照) にて密封した後、前記までの工程中で万一混入した微生物の繁殖を防止するため、 $121^\circ\text{C}$ 、20分間の高圧蒸気滅菌を行なった。

上記高圧蒸気滅菌は、薬剤を用いない湿式の滅菌手段の一つであって、コスト的に安価であるが、微細多孔性薄膜の素材が耐熱的でなく機能を損なう恐れのある場合には、同じく湿式の滅菌手段の一つであるガンマ線照射等の放射線照射滅菌が有

滅菌済精密フィルターエレメントを製造したが、その実際の使用に当たっての立上りを試すため、上記のようにして製造した滅菌済精密フィルターエレメント3をハウジング4に組込んだ後、比抵抗 $18\text{M}\Omega/\text{cm}$ の超純水タンク6内の超純水を流量 $500\text{ml}/\text{分}$ で通水し、流入側及び流出側の比抵抗を比抵抗計7、8により1分毎に計測した。このようにして計測した比抵抗値を、第1図に (イ) で表す。

#### 比較例

また、上記本発明の実施例と従前のフィルターエレメントの使用に当たっての立上りを対比するため、従来から知られている細孔径 $0.2\mu$ 、セルローズアセテート膜よりなるブリーツエレメント型フィルターを前記同様にPFAハウジングに組込み、比抵抗 $18\text{M}\Omega/\text{cm}$ の超純水を流量 $500\text{ml}/\text{分}$ で通水し、流入側及び流出側の比抵抗を比抵抗計によって1分毎に測定した。この比抵抗の比較測定値を第1図に (ロ) で示す。

同図に示した結果から明らかなように、比較例

のフィルターエレメントの測定値線口の示す特性に比較して、本実施例のフィルターエレメントの測定値線イの示す特性は顕著であり、立上りが格段に早く（比較例に比して総通水量は1/3以下で立上り、しかも一気に立上る）、本実施例におけるフィルターエレメントの優秀性が際立っている。

第2図は本発明における密封手段の他例を示したもので、エレメント3をハウジング4内に収納し、ハウジング4の流出入口を密封栓9、10によりエレメント3を密封保持している。

#### 発明の効果

以上のように説明した本発明によれば、次のような優れた効果が得られる。

- ① 予め親水化処理を終えているので、フィルターエレメント設置後の立上りが従来に比して格段に早い。
- ② 予め洗浄処理を終えているので、フィルターカートリッジを設置した初期状態において、界面活性剤等の不純物の流出がほとんどなく、安全

性が高い。

- ③ 予め滅菌してあるため、経時的な微生物汚染の心配がなく、安全性が高い。

- ④ 本発明方法によれば、従来の親水化処理をした乾式のフィルターエレメントに比較して、ほぼ同等のコストで製造することができ、洗浄処理済のフィルターエレメントとしては極めて安価に提供できる。

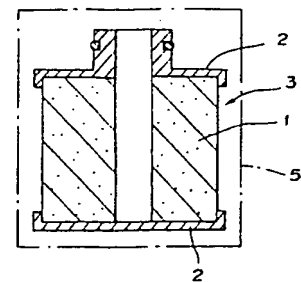
#### 4. 図面の簡単な説明

図面は本発明における湿式滅菌済精密フィルターエレメントとその保存方法の実施例を示したもので、第1図Aは密封手段の例を示した断面図、第1図Bは同上のエレメントを使用する状態を示した断面図、第2図は密封手段の他例を示した断面図、第3図は本実施例方法を用いた滅菌済精密フィルターエレメントの透水性等の試験を説明する説明図、第4図は、本実施例方法を用いた滅菌済精密フィルターエレメントに所定の透水をした場合の1分毎の比抵抗計測値と、比較例のフィルターエレメントに同様の透水をした場合の比抵抗

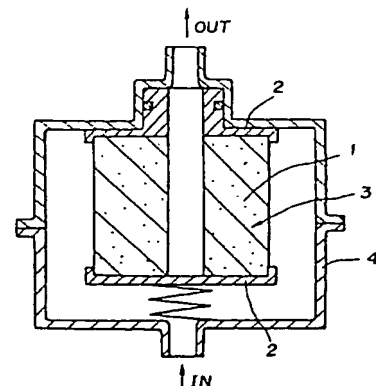
測定値を示す比較グラフで、イは本発明を示し、ロは比較例を示す。

- 1・・・微細多孔性薄膜
- 2・・・支持体
- 3・・・フィルターエレメント
- 4・・・フィルターハウジング
- 5、9・・・密封手段

第1図(A)



第1図(B)

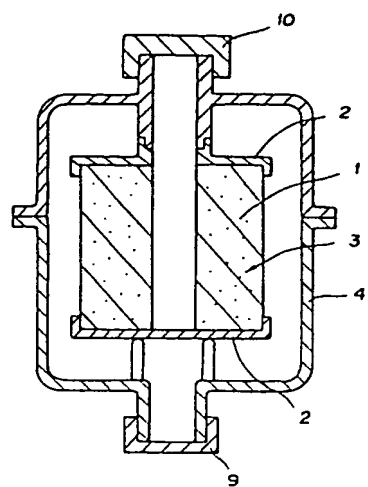


特 許 出 願 人 株式会社北沢バルブ

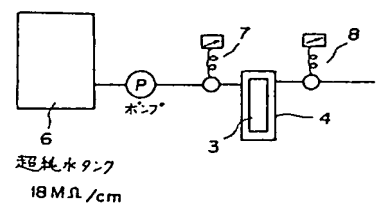
代 理 人 井 理 士 小 林 哲 男



第 2 図



第 3 図



第 4 図

